



(19)

(11) Publication number: **0923!**

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(21) Application number: **08071300**(51) Intl. Cl.: **A61K 7/42 A61K 7/00 C01B 33/1
23/04 C09C 1/04 C09C 1/36 C09**(22) Application date: **29.02.96**

(30) Priority:	(71) Applicant: TSUMURA & CO
(43) Date of application publication: 09.09.97	(72) Inventor: MORI TOSHIHARU ONO MAKIKO KONO MASATO
(84) Designated contracting states:	(74) Representative:

**(54) INORGANIC POWDER
MATERIAL AND COSMETIC
USING THE SAME**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an inorganic powder material high in an UV-protecting effect, excellent in ageing stability and giving a good touch, and to obtain a cosmetic using the same.

SOLUTION: This inorganic powder material comprises (I) zinc oxideencapsulated silica having a particle diameter of 0.01–10 μ m, (II) superfine particulate titanium dioxide having a particle diameter of 0.001–0.10 μ m, and (III) plate-like talc, mica and/or sericite to which superfine titanium dioxide having a particle diameter of 0.001–0.10 μ m is adhered, and this cosmetic is compounded with the inorganic power material.

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-235217

(43) 公開日 平成9年(1997)9月9日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/42 7/00			A 6 1 K 7/42 7/00	B W
C 0 1 B 33/18 C 0 1 G 23/04			C 0 1 B 33/18 C 0 1 G 23/04	E B
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平8-71300

(22) 出願日 平成8年(1996)2月29日

(71) 出願人 000003665

株式会社ツムラ

東京都中央区日本橋3丁目4番10号

(72) 発明者 森 俊晴

静岡県藤枝市築地392番地 株式会社ツムラ内

(72) 発明者 大野 牧子

静岡県藤枝市築地392番地 株式会社ツムラ内

(72) 発明者 河野 正登

静岡県藤枝市築地392番地 株式会社ツムラ内

(74) 代理人 弁理士 本多 一郎

(54) 【発明の名称】 無機粉体およびそれを用いた化粧料

(57) 【要約】

【課題】 紫外線防御効果が高く、かつ経時的安定性に優れており、しかも良好な感触を与える無機粉体およびそれを用いた化粧料を提供する。

【解決手段】 (I)酸化亜鉛を内包した粒子径0.01~10 μ mのシリカと、(II)粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンと、(III)粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク、マイカおよび/またはセリサイトと、からなる無機粉体並びにこの無機粉体が配合されてなる化粧料である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (I) 酸化亜鉛を内包した粒子径0.01~10 μ mのシリカと、(II) 粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンと、(III) 粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク、マイカおよび/またはセリサイトと、からなることを特徴とする無機粉体。

【請求項2】 上記請求項1記載の無機粉体が配合されてなることを特徴とする化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、無機粉体およびそれを用いた化粧料に関し、詳しくは、化粧料等に配合したときに紫外線(UVA, UVB)防止効果が高く、経時的安定性に優れ、しかも使用感、使用性に優れた効果を発揮する無機粉体およびそれを用いた化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】酸化亜鉛および酸化チタンは、その紫外線防止効果から、日焼け止め化粧料、メイクアップ化粧料などに用いられてきた。しかしながら、酸化亜鉛と酸化チタンの双方を配合した化粧料の場合、粒子の表面活性が高いために安定性が極めて悪く、粒子の凝集あるいは化粧料の分離やガスの発生などの原因となっていた。また、これに伴い、紫外線防御能力の低下も問題となっていた。さらに、感触的にもざらつき感があり、使用感としても悪い状態であった。

【0003】このような酸化亜鉛のもつ欠点を解消し、安定性を向上させ、しかも使用感を良好にするために、酸化亜鉛を内包させたシリカが提案された(特開平7-291615号公報)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、酸化亜鉛を内包させたシリカだけでは紫外線を良好に防御することが難しく、なおかつこれが配合された化粧料は感触的にもべとつき感があるなどの問題があった。

【0005】そこで本発明の目的は、紫外線防御効果が高く、かつ経時的安定性に優れており、しかも良好な感触を与える無機粉体およびそれを用いた化粧料を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、特定粒子径を有する、酸化亜鉛を内包したシリカとともに、やはり特定の粒子径を有する超微粒子酸化チタンと、該超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク等とからなる無機粉体を化粧料に配合することにより上記目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明は、(I) 酸化亜鉛を内包した粒子径0.01~10 μ mのシリカと、(II) 粒子径0.01~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンと、(III) 粒子径0.

001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク、マイカおよび/またはセリサイトと、からなることを特徴とする無機粉体である。

【0008】また、本発明は、上記無機粉体が配合されてなることを特徴とする化粧料である。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の無機粉体を構成する

(I) 酸化亜鉛を内包した粒子径0.01 μ m~10 μ mのシリカは、市場で入手することができ、例えば、商品名サンスフェアSZ-5(旭硝子(株)製)などがある。酸化亜鉛をシリカに内包させるには、例えば、亜鉛化合物の溶液をシリカに含浸させた後、加水分解し、さらに加熱処理して酸化亜鉛とすることにより、シリカの細孔内に酸化亜鉛を内包させることができる。本発明においては、酸化亜鉛を内包した0.01~10 μ mのシリカであれば特にその製法等は制限されるものではなく、またシリカ中での酸化亜鉛の内包量も特に制限されるものではないが、好ましくは40.00~60.00重量%内包されているとよい。

【0010】また、(II) 粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンについても市場で入手することができ、例えば、テイカ(株)製のMT-100S、MT-150W、MT-500B、MT-500SA、MT-500HD、MT-600B、MT-600SA(商品名)、あるいは石原産業(株)のTTO-55シリーズ、TTO-51シリーズ、TTO-F1、TTO-F2(商品名)などが挙げられる。本発明においては、粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンであれば特にその製法等は制限されるものではない。

【0011】さらに、(III) 粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンを付着した板状タルク、マイカ、セリサイトについても市場で入手することができる。例えば、同粒子径の超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク、板状マイカあるいは板状セリサイトとしては、触媒化成工業(株)製のファンシーベール610MW、610TW、610SW、630MW、630TW、630TW、670TW、870TW(商品名)などが挙げられる。本発明においては、これらについても、粒子径0.001~0.10 μ mの超微粒子酸化チタンが付着した板状タルク、板状マイカまたは板状セリサイトであれば、特にその製法等は制限されるものではない。

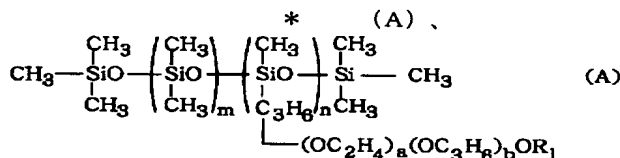
【0012】本発明の無機粉体は、上述の(I)~(III)の粉体からなるものであり、構成粉体(I)の粒子径が0.01 μ m未満では酸化亜鉛による十分な紫外線防御ができず、一方10 μ mを超えるとざらつき感が出てシリカの感触が強くなり、また、構成粉体(II)および(III)の粒子径が0.001 μ m未満では凝集しやすく不安定であり、一方0.10 μ mを超えると十分な紫外線防御ができない。

【0013】また、本発明の無機粉体において、上述の(I)~(III)の粉体の重量比は、好ましくは1~10:1

～10:1～10の範囲内であり、さらに好ましくは1～5:4～8:1～5である。かかる範囲を逸脱すると、酸化亜鉛と酸化チタンによる紫外線防御能力の相乗的増強が望めず、また使用感も低下し、好ましくない。

【0014】さらに、本発明の無機粉体は表面処理されていてもよく、好ましくはメチルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等で表面処理されているものを使用する。

【0015】次に、本発明の化粧料について具体的に説明する。本発明の化粧料には、上述の本発明の無機粉体の他に、さらに他の無機粉体を添加することができる。その種類や配合量などは、安定性を損なわず、かつ良好な感触を与えるものであれば何ら制限されるものではない。他に添加することのできる無機粉体としては、鉄含有微粒子酸化チタンである石原産業(株)製のTTO-F2(商品名)、あるいは東レ(株)製のトレセラムZP-550、ZP-4000、ZP-550IT、S-IT、ZS-5000IT、セラエ克蘭、セラエ克蘭、T-BN-C、T-BN-S(商品名)などが挙げられる。



(式中、R₁は、水素原子、アシル基、および炭素数1～4のアルキル基からなる群から選択される基であり、aは5～50、bは0～50、mは30～700、nは1から10の整数である)で示され、HLB値が3～15のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤で、好ましくはHLB値が5～10である。

【0019】ノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸モノグリセリド、シヨ糖脂肪酸エステル、高級脂肪酸アルカノールアミド等が挙げられる。

【0020】更に安定性と感触を損なわなければ、カチオン性界面活性剤やアニオン性界面活性剤を配合することは、何ら問題ない。

【0021】油性成分としては、例えばカプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ペヘン(ペヘニン)酸、12-ヒドロキシステアリン酸、リノール酸、オレイン酸、リノレイン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸等の高級脂肪酸、流動パラフィン、オゾケライト、プリスタン、セレスシン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス等の炭化水素、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ス

*【0016】本発明の化粧料の無機粉体以外の成分に関しても、安定性を損なわず、かつ良好な感触を与えるものであれば、その種類や配合量などは何ら制限されるものではない。以下に、本発明の化粧料に添加することのできる各種成分を例示する。

【0017】先ず、シリコーン油は、特に制限されるものではないが、具体例として、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルテトラシロキサン、メチルポリシロキサン、更に粘度が10000～1000000 cpsの高重合メチルポリシロキサン等のジメチルシリコーンオイル; オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、メチルシクロポリシロキサン等の環状シリコン; メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等を挙げることができる。

【0018】また、界面活性剤としては以下のものを添加することができる。ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤は、下記の一般式

(A)、

テアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、乳酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキシル酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキシル酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ペンタエリスリトール、トリ-2-エチルヘキシル酸グリセリン、2-エチルヘキシル酸セチル、パルミチン酸-2-エチルヘキシル、トリミリスチン酸グリセリル、トリオクタン酸グリセリル、トリイソパルミチン酸グリセリル、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オレイル、パルミチン酸-2-ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、ラウリン酸エチル、セバチン酸ジ-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸-2-ヘキシルデシル、パルミチン酸-2-ヘキシルデシル、セバチン酸ジイソプロピル等のエステル、カプリルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、アラキルアルコール、ペヘニルアルコール、オレイルアルコール、セトステアリルアル

コール、モノステアリルグリセリルエーテル（バチルアルコール）、2-デシルテトラデカノール、2-ヘキシルデカノール、2-ヘキシルドデカノール、2-オクチルドデカノール、ラノリンアルコール、コレステロール、フィトステロール、イソステアリルアルコール等の高級アルコール、アボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、オリーブ油、月見草油、ナタネ油、卵黄油、ゴマ油、パーシク油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、アマニ油、サフラワール油、綿実油、大豆油、落花生油、茶実油、コメヌカ油、シナモン油、ホホバ油、胚芽油、アルモンド油、カカオ脂、ヤシ油、馬脂、シア脂、硬化ヤシ油、タートル油、ミンク油、スクワレン、スクワラン、オレンジラフィ油、牛脂、羊脂、豚脂、モクロー、鯨脂、ラノリン、ラノリンアルコール、水添ラノリン、酢酸ラノリン、液状ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリン脂肪酸イソステアリル、ラノリン脂肪酸コレステリル、還元ラノリン、ホホバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、ホホバアルコール等の動植物油、赤色225号、赤色218号、だいだい色201号、緑色202号、紫色201号等の油溶性染料、雲母チタン、ベンガラ処理雲母チタン、黄酸化鉄処理雲母チタン、黒酸化鉄処理雲母チタン、酸化鉄・黄酸化鉄処理雲母チタン、酸化鉄・黒酸化鉄処理雲母チタン、コンジョウ処理雲母チタン、カルミン処理雲母チタン等の色素、パラメトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル、ベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、パラジメチルアミノ安息香酸2-エチルヘキシル、4-(3,4-ジメトキシフェニルメチレン)-2,5-ジオキソイミダゾリジン-1-プロピオン酸2-エチルヘキシルエステル、2,4,6-トリアニリノ-p-(カルボ-2'-エチルヘキシル-1-オキシ)1,3,5-トリアジン、4-tert-ブチル-4'-メトキシ-ベンゾイルメタン、フラノン誘導体等の紫外線吸収剤、トコフェロール、酢酸トコフェロール、ビタミンA、ビタミンA誘導体、エルゴカルシフェロール、油溶性アルニカエキス、油溶性オドリコソウエキス、コレステロール、コレステロール誘導体等の油溶性有効成分等が挙げられる。

【0022】植物抽出物としては、油溶性、水溶性あるいは抽出方法は問わず、オウゴン、シコン、カミツレ、ゲンチアナ、オウバク、アロエ、カンゾウ、ゲンノショ

ウコ、トウキ、センキュウ、シャクヤク、ニンジン、マロニエ、サルビア、シア、カモミラ、クワ、ゴボウ、サルビア、シナノ、シラカバ、スギナ、セイヨウノコギリソウ、テウチグルミ、トウキンセンカ、ノバラ、ビワ葉、ホップ、桃葉、ヨクイニン、ローズマリー等が挙げられる。

【0023】低級アルコールとしては、特に制限されないが、メタノール、エタノール、i-プロパノール、n-プロパノール、t-ブタノール、s-ブタノールなどが用いられる。

【0024】また、本発明の化粧料は、本発明の効果を損なわない質的、量的範囲で上記以外の任意の成分を配合することができ、その剤型に応じて、化粧料に通常配合される成分、例えば、精製水、エタノール、乳化剤、油性成分、界面活性剤、保湿剤、酸化防止剤、防腐剤、香料、各種ビタミン剤、キレート剤、着色剤、動植物エキス、増粘剤、紫外線吸収剤、薬効成分等を配合することができる。なお、本発明の化粧料の剤型は任意であり、例えば、頬紅、アイライナー、アイシャドー、ファンデーション、ケーキ型ファンデーション、おしろい、クリーム、乳液、化粧水等の多岐にわたった種類とすることができる。

【0025】

【実施例】

実施例、比較例1~4

次に本発明を実施例および比較例を挙げて、より具体的に明らかにする。下記の表1に示す配合処方に従い各化粧料を調製した。なお、以下において配合量は重量%である。得られた供試化粧料について一か月間における安定性（50℃、20℃）試験を行い、また感触試験は、右腕前腕に2mg/cm²の割合で4cm²で8mgの量を塗布し、べとつき感、粉っぽさおよび日焼け防止感について評価した。なお、日焼け防止感は、製剤を塗布して日光に4時間照射後の感触である。評価は以下の基準に従った。

◎：極めて良好

○：特に問題はない

×：悪い

【0026】

【表1】

	実施例	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
サンスフェア SZ-5 ¹⁾	2.00	—	2.00	2.00	2.00
SMT-500SA ²⁾	10.00	10.00	—	—	10.00
ファンシーパール S-630TW ³⁾	5.00	5.00	5.00	5.00	—
酸化亜鉛	—	2.00	—	—	—
酸化チタン (0.3 μm)	—	—	—	10.00	—
ベンガラ	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
黄酸化鉄	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
黒酸化鉄	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
デカメチルシクロペンタシロキサン	17.00	17.00	17.00	17.00	17.00
メチルポリシロキサン	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
界面活性剤 A ⁴⁾	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
ポリオキシエチレンオクチル ドデシルエーテル (5E.O.)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
モノステアリン酸ポキシ エチレンソルビタン (20E.O.)	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
シア脂	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
スクワラン	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
オウゴンエキス ⁵⁾	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
精製水	55.41	55.41	65.41	55.41	60.41
50℃、1ヶ月安定性	◎	×	○	×	○
20℃、1ヶ月安定性	◎	×	◎	○	◎
べとつき感	◎	×	×	×	×
のび	◎	×	×	×	×
粉っぽさ	◎	×	×	×	×
日焼け防止感	◎	○	×	×	○

【0027】 1) 酸化亜鉛を 50.00 重量%内包した
粒子径 5.0 μm のシリカ

2) 粒子径 0.035 μm の超微粒子酸化チタン (MT-50
OSA) をメチルポリシロキサン処理した粉体

3) 粒子径 0.06 μm の超微粒子酸化チタンが付着し
た板状タルク (ファンシーパール 630TW) をメチルハイ
ドロジェンポリシロキサンで表面処理した粉体

4) 前記一般式 (A) で表わされるポリオキシアルキレ
ン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤において、
式中の R₁ はメチル基、a は 7~15、b = 0、m は 5
0~100、n は 1 から 5 の整数であるものの混合体で
あり、HLB 値は 5 である (東レ・ダウコーニング・シ
リコーン (株) の SH3775C (商品名))。

5) 50%1,3-ブチレングリコールを含む精製水で
抽出した。

【0028】 前記表 1 の評価結果から明かなように、
実施例の化粧料ではすべての感触と安定性の双方におい
て極めて良好な結果が得られた。これに対し、比較例 1
のように、酸化亜鉛をシリカに内包させないでそのまま
を使用すると、安定性と感触がともに悪くなる。また、

比較例 2 のように、酸化チタンを配合しないと感触及び
日焼け防止感を著しく損なうことが分かる。さらに、比
較例 3 のように、粒子径が 0.3 μm の酸化チタンを配合
すると凝集が起こり、この結果酸化チタンによるべとつ
き感が強くなってしまっている。さらにまた、比較例 4
のように、粒子径 0.06 μm の超微粒子酸化チタンが
付着した板状タルクを配合しないと、タルクによるすべ
り感がなくなり、日焼け防止効果の低下が避けられず、
化粧料として適さなくなっている。

【0029】

【発明の効果】 以上説明してきたように、本発明の無機
粉体においては、特定粒子径を有する、酸化亜鉛を内包
したシリカとともに、やはり特定の粒子径を有する超微
粒子酸化チタンと、該超微粒子酸化チタンが付着した板
状タルク等とから構成したことにより、紫外線防御効果
が高く、かつ経時的安定性に優れており、しかも良好な
感触を与えることができる。従って、この無機粉体が配
合された化粧料はこれら特性に極めて優れた効果を奏す
る。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所	
C 0 9 C	1/04	P A E	C 0 9 C	1/04	P A E
	1/36	P A T		1/36	P A T
	3/06	P B S		3/06	P B S